

PROCÉDÉ ET INSTALLATION DE FOURNITURE D'OXYGÈNE À HAUTE PURETÉ PAR DISTILLATION  
CRYOGÉNIQUE D'AIR

La présente invention est relative à la technique de distillation de l'air, et en particulier à un procédé et installation de fourniture d'oxygène à haute pureté par distillation cryogénique d'air.

Certaines applications industrielles nécessitent des quantités importantes d'oxygène impur sous diverses pressions : gazéification du charbon, gazéification de résidus pétroliers, réduction-fusion directe du minerai de fer, injection de charbon dans les hauts fourneaux, métallurgie des métaux non-ferreux, etc.

Par ailleurs, certains contextes industriels nécessitent la fourniture simultanée, en grandes quantités, d'oxygène pratiquement pur et d'oxygène impur sous des pressions différentes.

Une unité de production sidérurgique comprend classiquement plusieurs appareils ayant des besoins différents en oxygène, tel que décrit dans « The Making, Shaping and Treating of Steel », AISE, 1985. Le haut fourneau consomme de l'air enrichi en oxygène, produit en général en mélangeant de l'air comprimé avec de l'oxygène basse pureté. L'oxygène basse pureté a une pureté d'entre 80 et 97 %. Par contre les convertisseurs et les fours à arc consomment de l'oxygène avec une haute pureté d'entre 99 et 99,8 %. Pour fournir ces deux puretés d'oxygène, il est souvent prévu deux appareils de production d'oxygène par distillation d'air, celui qui produit l'oxygène basse pureté étant un appareil à colonne de mélange du type décrit dans US-A-4022030 et EP-A-0531182 et celui qui produit l'oxygène haute pureté étant un appareil à double colonne classique.

Toutes les puretés mentionnées sont des pourcentages molaires.

Quand l'appareil fournissant l'oxygène haute pureté ne fonctionne pas, il est nécessaire de prévoir une autre source d'oxygène haute pureté qui peut être un autre appareil ou au moins un stockage très important, comme l'on voit dans « Zur Planung grosser Sauerstoffanlagen in Stahlwerken » de H. Springmann, Linde Berichte aus Technik und Wissenschaft, 40/1976.

L'invention a pour but de prévoir une installation comprenant deux appareils de séparation d'air, dont un premier, à colonne de mélange, qui produit de l'oxygène basse pureté et un deuxième qui produit de l'oxygène

haute pureté, l'installation pouvant produire de l'oxygène haute pureté même quand le deuxième appareil ne fonctionne pas, de sorte que le stockage d'oxygène haute pression puisse être supprimé ou réduit en taille.

5 Selon un objet de l'invention, il est prévu un procédé de fourniture d'oxygène à haute pureté par distillation cryogénique d'air à partir d'une installation comprenant un premier et un deuxième appareils de séparation d'air, le premier appareil de séparation d'air comprenant une colonne moyenne pression, une colonne basse pression thermiquement reliée avec la colonne moyenne pression et une colonne de mélange dans lequel

10 i) on envoie de l'air à distiller à la colonne moyenne pression  
ii) on envoie des liquides enrichis en oxygène et en azote de la colonne moyenne pression à la colonne basse pression

15 iii) selon une première marche de l'appareil, on envoie en tête de la colonne de mélange un débit de liquide enrichi en oxygène provenant de la colonne basse pression

iv) selon la première marche, on soutire en tête de la colonne de mélange, un débit d'oxygène basse pureté et on en envoie au moins une partie à une première unité consommatrice

20 v) selon la première marche, on envoie de l'air à la colonne de mélange

vi) selon la première marche, le deuxième appareil fournit de l'oxygène haute pureté à une deuxième unité consommatrice

caractérisé en ce que

25 vii) selon une deuxième marche, dans le premier appareil, on réduit, éventuellement à zéro, le débit de liquide enrichi en oxygène envoyé en tête de la colonne de mélange, on réduit, éventuellement à zéro, le débit d'air envoyé à la colonne de mélange et on réduit, éventuellement à zéro, le débit d'oxygène basse pureté soutiré en tête de colonne de mélange et

30 viii) selon la deuxième marche, on soutire en cuve de la colonne basse pression du premier appareil un débit enrichi d'oxygène haute pureté et on l'envoie à au moins la deuxième unité consommatrice.

De préférence, selon la deuxième marche, le deuxième appareil ne fournit pas d'oxygène haute pureté à la deuxième unité consommatrice ou

fournit une partie de l'oxygène haute pureté requise par la deuxième unité consommatrice.

Selon d'autres aspects facultatifs :

- la première unité consommatrice est un haut fourneau et la deuxième unité consommatrice est un convertisseur ou un four à arc ;

- pendant la première marche, le haut fourneau est alimenté en air enrichi en oxygène et pendant la deuxième marche, le haut fourneau est alimenté soit par de l'air soit par de l'air moins enrichi en oxygène que celui dont il est alimenté pendant la première marche ;

- la colonne de mélange ne fonctionne pas pendant la deuxième marche ;

- la deuxième unité consommatrice est alimentée en oxygène (uniquement) à partir du deuxième appareil de séparation d'air pendant la première marche et est alimentée en oxygène uniquement à partir du premier appareil pendant la deuxième marche.

Selon un autre objet de l'invention, il est prévu une installation de fourniture d'oxygène par distillation cryogénique de l'air comprenant un premier et un deuxième appareil de séparation d'air, le premier appareil de séparation d'air comprenant une colonne moyenne pression, une colonne basse pression thermiquement reliée avec la colonne moyenne pression et une colonne de mélange comprenant :

a) des moyens pour envoyer de l'air à distiller à la colonne moyenne pression

b) des moyens pour envoyer des liquides enrichi en oxygène et en azote de la colonne moyenne pression à la colonne basse pression

c) des moyens pour envoyer en tête de la colonne de mélange un débit de liquide enrichi en oxygène provenant de la colonne basse pression

d) des moyens pour envoyer de l'air en cuve de la colonne de mélange

e) des moyens pour soutirer en tête de la colonne de mélange, un débit d'oxygène basse pureté et des moyens pour en envoyer au moins une partie à une première unité consommatrice

f) des moyens pour envoyer de l'oxygène haute pureté du deuxième appareil de séparation d'air à la deuxième unité consommatrice

caractérisée en ce qu'elle comprend

g) des moyens pour réduire, éventuellement à zéro, le débit de liquide enrichi en oxygène envoyé en tête de la colonne de mélange

h) des moyens pour réduire, éventuellement à zéro, l'air envoyé en cuve de la colonne de mélange

5 i) des moyens pour soutirer en cuve de la colonne basse pression du premier appareil un débit d'oxygène haute pureté et des moyens pour envoyer ce débit à la deuxième unité consommatrice.

Selon d'autres aspects facultatifs de l'invention :

10 - la première unité consommatrice est un haut fourneau et la deuxième unité consommatrice est un convertisseur ou un four à arc ;

- l'installation comprend des moyens pour alimenter le haut fourneau en oxygène basse pureté à partir du premier appareil et des moyens pour arrêter l'envoi d'oxygène basse pureté du premier appareil au haut fourneau ;

15 - l'installation comprend des moyens pour alimenter le haut fourneau en oxygène uniquement à partir du deuxième appareil de séparation d'air et des moyens pour alimenter le haut fourneau en oxygène uniquement à partir du premier appareil ;

20 - l'installation comprend au moins un compresseur d'oxygène haute pureté en amont de la deuxième unité consommatrice et en aval du premier appareil de séparation d'air.

Des exemples de mise en œuvre de l'invention vont maintenant être décrits en regard des dessins annexés, sur lesquels la figure 1 représente schématiquement une installation conforme à l'invention et la figure 2 représente le premier appareil de séparation d'air en plus de détail.

25 L'installation de séparation d'air de la Figure 1 comprend un premier appareil de séparation d'air par distillation cryogénique 1 et un deuxième appareil de séparation d'air par distillation cryogénique 2. Selon une première marche de l'installation, le premier appareil de séparation d'air produit un débit d'oxygène basse pureté contenant entre 80 et 97% d'oxygène. Cet oxygène 3  
30 est envoyé en aval de la soufflante 4 d'une première unité consommatrice, en l'occurrence un haut fourneau 5 et est mélangé avec l'air comprimé 7 pour être envoyé au haut fourneau.

Le deuxième appareil 2 produit de l'oxygène à haute pureté contenant entre 99 et 99,9 % d'oxygène. Cet oxygène 8 est envoyé à une deuxième unité

consommatrice 9. Le deuxième appareil peut être n'importe lequel appareil cryogénique produisant de l'oxygène gazeux haute pression, par exemple une double ou triple colonne dans lequel l'oxygène est pressurisé soit par compression de l'oxygène gazeux soit par pompage de l'oxygène liquide suivi de vaporisation. Des exemples de procédés de production de ce genre se trouvent dans EP-A-0504029.

Selon la deuxième marche, le deuxième appareil 2 ne fonctionne pas. Le premier appareil produit de l'oxygène haute pureté 11 et l'envoie à la deuxième unité 9 suite à une compression dans le compresseur 13. Le premier appareil soit ne produit pas d'oxygène basse pression de sorte que le haut fourneau est alimenté uniquement par de l'air soit produit moins d'oxygène basse pression et le mélange avec l'air 7.

L'appareil de distillation d'air représentée à la figure 2 est destiné à produire selon une première marche de l'oxygène basse pureté, par exemple ayant une pureté de 80 à 97 % et de préférence de 85 à 95 % sous une pression déterminée P nettement différente de  $6 \times 10^5$  Pa abs., par exemple sous 2 à  $5 \times 10^5$  Pa ou avantageusement sous une pression supérieure à  $6 \times 10^5$  Pa abs d'au moins  $2 \times 10^5$  Pa et pouvant aller jusqu'à  $30 \times 10^5$  Pa environ, de préférence entre  $8 \times 10^5$  Pa et  $15 \times 10^5$  Pa. L'appareil comprend essentiellement une ligne d'échange thermique 1A, une double colonne de distillation 2A comprenant elle-même une colonne moyenne pression 3A, une colonne basse pression 4A et un condenseur-vaporiseur principal 5A, et une colonne de mélange 6A. Les colonnes 3A et 4A fonctionnent typiquement sous environ  $6 \times 10^5$  Pa et environ  $1 \times 10^5$  Pa respectivement.

Comme expliqué en détail dans le document US-A-4022030, une colonne de mélange est une colonne qui a la même structure qu'une colonne de distillation mais qui est utilisée pour mélanger de façon proche de la réversibilité un gaz relativement volatil, introduit à sa base, et un liquide moins volatil, introduit à son sommet.

Un tel mélange produit de l'énergie frigorifique et permet donc de réduire la consommation d'énergie liée à la distillation. Dans le cas présent, ce mélange est mis à profit, en outre, pour produire directement de l'oxygène impur sous la pression P, comme cela sera décrit ci-dessous.

L'air à séparer par distillation, comprimé à  $6 \times 10^5$  Pa et convenablement épuré, est acheminé vers la base de la colonne moyenne pression 3A par une conduite 7A. La majeure partie de cet air est refroidie dans la ligne d'échange 1A et introduite à la base de la colonne moyenne pression 3A, et le reste, 5 surpressé en 8A puis refroidi, est détendu à la basse pression dans une turbine 9A couplée au surpresseur 8A, puis insufflé en un point intermédiaire de la colonne basse pression 4. Du « liquide riche » (air enrichi en oxygène), prélevé en cuve de la colonne 3A est, après détente dans une vanne de détente 10A, introduit dans la colonne 4A, à peu près au point d'insufflation de l'air. Du 10 « liquide pauvre » (azote impur) prélevé en un point intermédiaire 11A de la colonne 3A est, après détente dans une vanne de détente 12A, introduit au sommet de la colonne 4A, constituant le gaz résiduaire de l'installation, et l'azote gazeux pur sous la moyenne pression produit en tête de la colonne 3A, sont réchauffés dans la ligne d'échange 1A et évacués de l'installation. Ces gaz 15 sont indiqués respectivement par NI et NG sur la figure 1.

De l'oxygène liquide, plus ou moins pur suivant le réglage de la double colonne 2A, est soutiré en cuve de la colonne 4A, porté par une pompe 13A à une pression P1, légèrement supérieure à la pression P précitée pour tenir compte des pertes de charge ( $P1 - P$  inférieur à  $1 \times 10^5$  Pa), et introduit au 20 sommet de la colonne 6. P1 est donc avantageusement comprise entre  $8 \times 10^5$  Pa et  $30 \times 10^5$  Pa, de préférence entre  $8 \times 10^5$  Pa et  $16 \times 10^5$  Pa. De l'air auxiliaire, comprimé à la même pression P1 par un compresseur auxiliaire 14A, pouvant être la soufflante 4, et refroidi dans la ligne d'échange 1A, est introduit à la base de la colonne de mélange 6A. De cette dernière sont soutirés trois 25 courants de fluide : à sa base, du liquide voisin du liquide riche et réuni à ce dernier via une conduite 15A munie d'une vanne de détente 15A' ; en un point intermédiaire, un mélange essentiellement constitué d'oxygène et d'azote, qui est renvoyé en un point intermédiaire de la colonne basse pression 4A via une conduite 16A munie d'une vanne de détente 17A ; et à son sommet de 30 l'oxygène impur qui, après réchauffement dans la ligne d'échange thermique, est évacué, sensiblement à la pression P, de l'installation via une conduite 18A en tant que gaz de production OI.

On a également représenté sur la figure 2 des échangeurs de chaleur auxiliaires 19A, 20A, 21A assurant la récupération du froid disponible dans les fluides en circulation dans l'installation.

Comme on le comprend, grâce à la présence d'un circuit séparé pour l'air auxiliaire alimentant la colonne 6A, on peut choisir à volonté la pression P de l'oxygène impur produit. De plus, comme indiqué plus haut, le réglage de la double colonne permet d'obtenir divers degrés de pureté pour ce gaz.

Selon la deuxième marche de l'appareil 1, la pompe 13A est arrêtée de sorte que l'oxygène liquide n'est plus soutiré en cuve de la colonne 4A et introduit au sommet de la colonne 6. L'air auxiliaire n'est plus introduit à la base de la colonne de mélange 6A. Les trois courants de fluide ne sont plus soutirés de cette dernière.

Alternativement, selon la deuxième marche, une quantité réduite de l'oxygène liquide, par rapport à celui envoyés pendant la première marche est soutirée en cuve de la colonne 4A, portée par la pompe 13A à la pression P1 et introduite au sommet de la colonne 6A. Une quantité réduite de l'air auxiliaire est introduite à la base de la colonne de mélange 6A et les trois courants de fluide soutirés de la colonne de mélange sont également réduits.

Que la colonne de mélange reste en marche ou pas, un débit gazeux 11 d'oxygène haute pureté contenant entre 99 et 99,8% d'oxygène est soutiré en cuve de la colonne basse pression selon la deuxième marche, ce débit n'étant pas soutiré pendant la première marche ou étant soutiré en très petites quantités comme purge du condenseur 5A. Ce débit 11 est comprimé dans le compresseur 13 et envoyé à la deuxième unité consommatrice 9 qui peut être un convertisseur de fonte à l'oxygène ou un four à arc. Une partie de l'oxygène haute pureté peut également être envoyée à l'oxycoupage. Si le débit 8 est amené à sa pression finale par un autre compresseur, cet autre compresseur peut servir à la compression du débit 11 quand le débit 8 n'est pas fourni et le compresseur 13 ne sera pas requis. De même si le compresseur du débit 8 ne fonctionne pas, à cause par exemple d'une panne, pendant la première marche, le débit 8 peut être comprimé dans le compresseur 13.

Il est possible d'étendre le concept de cette invention à d'autres types d'appareil. Par exemple, il est possible de produire de l'oxygène impur avec un premier appareil et de l'oxygène pur avec un deuxième appareil et de modifier

5 soit le fonctionnement du premier appareil soit le premier appareil lui-même afin de permettre la production d'oxygène pur avec le premier appareil. Ce genre de modification s'appliquerait par exemple à un appareil à double colonne avec une colonne auxiliaire alimentée en tête par de l'oxygène impur provenant de la cuve de la colonne basse pression, la colonne auxiliaire ayant un rebouilleur de cuve. La colonne auxiliaire pourrait être alimentée pour permettre de soutirer l'oxygène pur en cuve de colonne auxiliaire seulement pendant une marche particulière de l'appareil.

10 Il est évidemment possible d'exploiter l'invention avec un appareil à colonne de mélange différent de celui de la Figure 2.

En fournissant les débits 8 et 11 en même temps il est possible d'avoir une production maximale d'oxygène haute pureté, de préférence en arrêtant le fonctionnement de la colonne de mélange.



REVENDICATIONS

1. Procédé de fourniture d'oxygène à haute pureté par distillation cryogénique d'air à partir d'une installation comprenant un premier (1) et un deuxième (2) appareils de séparation d'air, le premier appareil de séparation d'air comprenant une colonne moyenne pression (2A), une colonne basse pression (4A) thermiquement reliée avec la colonne moyenne pression et une colonne de mélange (6A) dans lequel

- i) on envoie de l'air à distiller à la colonne moyenne pression
- ii) on envoie des liquides enrichi en oxygène et en azote de la colonne moyenne pression à la colonne basse pression
- iii) selon une première marche de l'appareil, on envoie en tête de la colonne de mélange un débit de liquide enrichi en oxygène provenant de la colonne basse pression
- iv) selon la première marche, on soutire en tête de la colonne de mélange, un débit d'oxygène basse pureté et on en envoie au moins une partie à une première unité consommatrice (5)
- v) selon la première marche, on envoie de l'air à la colonne de mélange
- vi) selon la première marche, le deuxième appareil fournit de l'oxygène haute pureté à une deuxième unité consommatrice (9) caractérisé en ce que
- vii) selon une deuxième marche, dans le premier appareil, on réduit, éventuellement à zéro, le débit de liquide enrichi en oxygène envoyé en tête de la colonne de mélange, on réduit, éventuellement à zéro, le débit d'air envoyé à la colonne de mélange et on réduit, éventuellement à zéro, le débit d'oxygène basse pureté soutiré en tête de colonne de mélange et
- viii) selon la deuxième marche, on soutire en cuve de la colonne basse pression du premier appareil un débit d'oxygène haute pureté et on l'envoie à au moins la deuxième unité consommatrice.

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel selon la deuxième marche, le deuxième appareil (2) ne fournit pas d'oxygène haute pureté à la

deuxième unité consommatrice (9) ou fournit une partie de l'oxygène haute pureté requise par la deuxième unité consommatrice.

5           3. Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel la première unité  
consommatrice (5) est un haut fourneau et la deuxième unité consommatrice  
(9) est un convertisseur ou un four à arc.

10           4. Procédé selon la revendication 3 dans lequel, pendant la première  
marche, le haut fourneau (5) est alimenté en air enrichi en oxygène et pendant  
la deuxième marche, le haut fourneau est alimenté soit par de l'air soit par de  
l'air moins enrichi en oxygène que celui dont il est alimenté pendant la première  
marche.

15           5. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la  
colonne de mélange (6A) ne fonctionne pas pendant la deuxième marche.

20           6. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel la  
deuxième unité consommatrice (9) est alimentée en oxygène (uniquement) à  
partir du deuxième appareil de séparation d'air (2) pendant la première marche  
et est alimentée en oxygène uniquement à partir du premier appareil (1)  
pendant la deuxième marche.

25           7. Installation de fourniture d'oxygène par distillation cryogénique de  
l'air comprenant un premier (1) et un deuxième (2) appareil de séparation d'air,  
le premier appareil de séparation d'air comprenant une colonne moyenne  
pression (2A), une colonne basse pression (4A) thermiquement reliée avec la  
colonne moyenne pression et une colonne de mélange (6A) comprenant :

a) des moyens pour envoyer de l'air à distiller à la colonne  
moyenne pression

30           b) des moyens pour envoyer des liquides enrichi en oxygène et en  
azote de la colonne moyenne pression à la colonne basse pression

c) des moyens pour envoyer en tête de la colonne de mélange un  
débit de liquide enrichi en oxygène provenant de la colonne basse pression

d) des moyens pour envoyer de l'air en cuve de la colonne de mélange

e) des moyens pour soutirer en tête de la colonne de mélange, un débit d'oxygène basse pureté et des moyens pour en envoyer au moins une partie à une première unité consommatrice (5)

f) des moyens pour envoyer de l'oxygène haute pureté du deuxième appareil de séparation d'air à une deuxième unité consommatrice (9) caractérisée en ce qu'elle comprend

g) des moyens pour réduire, éventuellement à zéro, le débit de liquide enrichi en oxygène envoyé en tête de la colonne de mélange

h) des moyens pour réduire, éventuellement à zéro, l'air envoyé en cuve de la colonne de mélange

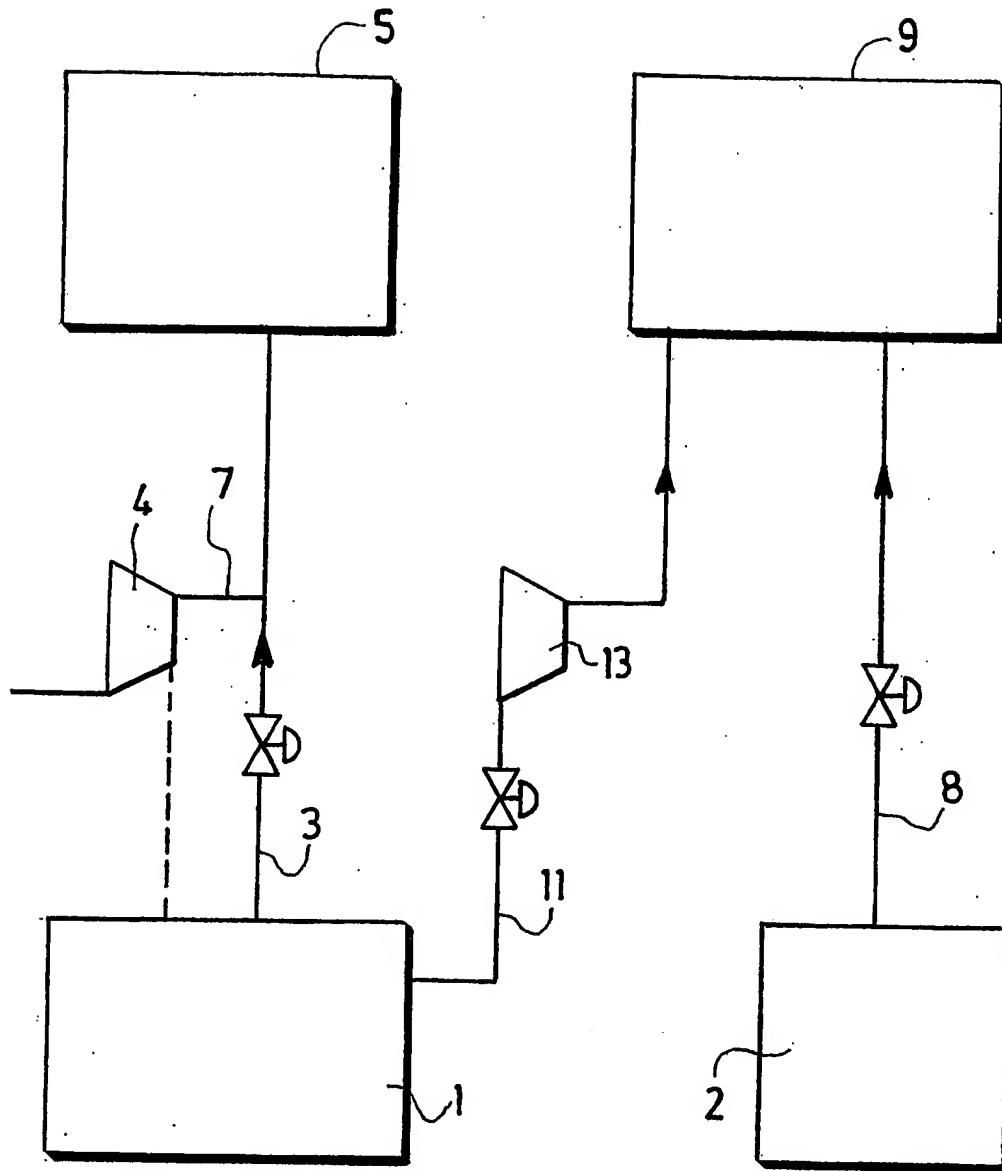
i) des moyens pour soutirer en cuve de la colonne basse pression du premier appareil un débit d'oxygène haute pureté et des moyens pour envoyer ce débit à la deuxième unité consommatrice.

8. Installation selon la revendication 7 dans laquelle la première unité consommatrice (5) est un haut fourneau et la deuxième unité consommatrice (9) est un convertisseur .ou un four à arc.

9. Installation selon la revendication 8 comprenant des moyens pour alimenter le haut fourneau (5) en oxygène basse pureté à partir du premier appareil (1) et des moyens pour arrêter l'envoi d'oxygène basse pureté du premier appareil au haut fourneau.

10. Installation selon l'une des revendications 6 à 9 comprenant au moins un compresseur (13) d'oxygène haute pureté en amont de la deuxième unité consommatrice (9) et en aval du premier appareil de séparation d'air (1).

1/2

FIG.1

2/2

